

DEUTSCHES  PATENTAMT

## AUSLEGESCHRIFT 1 074 559

C 19275 IVa/12i

ANMELDETAG: 25. JUNI 1959

BEKANTMACHUNG  
DER ANMELDUNG  
UND AUSGABE DER  
AUSLEGESCHRIFT:

4. FEBRUAR 1960

1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Hydrophobieren feinteiliger Kieselsäure in wäßriger Phase. Die Hydrophobierung pulverförmiger Kieselsäure durch Behandlung mit Alkyl-Chlorsilanen ist bekannt. Dabei setzt sich das Chlorsilan auch mit an der Oberfläche der Kieselsäure adsorbiertem Wasser unter Bildung von Salzsäure um. Die so hydrophobierte Kieselsäure muß anschließend von der gebildeten Salzsäure gereinigt werden.

Die Hydrophobierung wurde ferner bei pulverförmiger Kieselsäure mit Siliconölen vorgenommen. Dazu muß aber die trockene pulverförmige Kieselsäure in einer organischen Flüssigkeit suspendiert werden. Bei Verwendung einer noch wasserhaltigen Kieselsäure muß diese vor der Behandlung mit Siliconöl mit einem organischen Lösungsmittel entwässert werden. In beiden Fällen wird das Siliconöl in einem organischen Lösungsmittel gelöst, das nach erfolgter Hydrophobierung der Kieselsäure abdestilliert werden muß. Diese Verfahren sind daher umständlich und kostspielig.

Bei der Herstellung von Kautschukmischungen mit hellen Füllstoffen wird der Füllstoff, z. B. feinteilige Kieselsäure, in bekannter Weise innig mit Siliconöl gemischt. Bei diesem Vorgang wird eine vollständige Hydrophobierung jedoch nicht erreicht. Sie ist hier auch weder notwendig, noch beabsichtigt, da das Siliconöl hier lediglich als Mischungs- oder Aktivierungsbestandteil der Kautschukmischung vorliegt, der vor der Zugabe zum Kautschuk zweckmäßigerweise mit dem Füllstoff gemischt wird.

Da bisher lediglich die Hydrophobierung von pulverförmiger Kieselsäure bzw. die von wasserhaltiger Kieselsäure nur nach vorhergehender Trocknung oder Aufschlammung in organischen Lösungsmitteln bekannt war, war es überraschend, daß nach dem erfindungsgemäßen Verfahren die Hydrophobierung von Kieselsäure in wäßriger Phase gelingt.

Nach dem Verfahren der Erfindung wird die bei der Herstellung nach dem Filtrieren oder Zentrifugieren anfallende teigartige Kieselsäure ausgewaschen und alkalisch nachbehandelt. Dabei wird ein  $p_H$ -Wert von 8 bis 12, vorzugsweise von 9 bis 10, eingestellt. Dann wird Siliconöl oder eine Siliconölemulsion zugemischt und nach dieser Behandlung die Masse z. B. bei Temperaturen von 100 bis 120° C getrocknet. Nach dem Verfahren der Erfindung erfolgt die Zugabe des Siliconöls oder der Siliconölemulsion bei gleichzeitiger oder nach vorangegangener Verflüssigung des Filterkuchens bzw. des Zentrifugenrückstandes. Diese Verflüssigung erfolgt durch Einwirkung geeigneter mechanischer Kräfte in dem oben angegebenen  $p_H$ -Bereich. Der gewünschte  $p_H$ -Wert wird durch Zugabe einer Alkalilösung oder von wäßrigem

Verfahren zum Hydrophobieren  
von feinteiliger Kieselsäure

Anmelder:

Chemische Fabrik Wesseling  
Aktiengesellschaft,  
Wesseling (Bez. Köln)

2

Ammoniak erreicht. Die auf diese Weise mit Siliconöl behandelte Kieselsäure kann nach einer vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung vor dem Trocknen durch Abpressen von überschüssiger Flüssigkeit befreit werden.

Die alkalische Nachbehandlung des ausgewaschenen Kieselsäureteiges führt zwar zu einer Herabsetzung der BET-Oberfläche und damit zu einer Verminderung der Oberflächenaktivität. Dies ist aber bei der Verwendung der hydrophobierten Kieselsäure als Füllstoff erwünscht, denn Kieselsäurefüllstoffe mit einer Oberfläche von etwa 150 bis 200 m<sup>2</sup>/g bieten bei der Einarbeitung in Kautschuk oder andere Elastomere verarbeitungstechnische Vorteile.

Ein Beispiel soll das erfindungsgemäße Verfahren erläutern:

Ein Kieselsäure-Filterkuchen mit einem Feststoffgehalt von 17% wird durch Auswaschen gründlich von Salzen befreit. Der ausgewaschene Teig mit einem  $p_H$ -Wert von 4 bis 5 wird mittels eines Lennart-Mischers verflüssigt und mit Natronlauge auf  $p_H$  9 bis 10 eingestellt. Dann wird unter Rühren eine wäßrige Siliconölemulsion in einer solchen Menge zugesetzt, daß 5 Teile Siliconöl auf 100 Teile trockene Kieselsäure kommen. Anschließend wird durch Abpressen das überschüssige Wasser entfernt und dann bei 120° C getrocknet. Die so erhaltene Kieselsäure wird von Wasser nicht benetzt. Durch die alkalische Behandlung sinkt die Oberfläche der Kieselsäure von 260 m<sup>2</sup>/g auf 160 m<sup>2</sup>/g, nach BET mit Stickstoff gemessen.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten Kieselsäuren können überall dort mit Vorteil verwendet werden, wo es auf einen kleinen Benet-

3

zungswinkel der Kieselsäure gegenüber Wasser an-  
kommt, z. B. in Kabelmischungen, wasserbeständigen  
Vulkanisaten, als Verdickungsmittel für wasserbestän-  
dige Schmiermittel und Hautcreme.

#### PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zum Hydrophobieren von Kiesel-  
säure mit Siliconöl, dadurch gekennzeichnet, daß  
ausgewaschener Kieselsäureteig bei gleichzeitiger 10  
oder nach vorangegangener Verflüssigung alka-  
lisch eingestellt, mit Siliconöl behandelt und an-  
schließend getrocknet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß der Kieselsäureteig auf einen  $pH$ - 15  
Wert von 8 bis 12, vorzugsweise von 9 bis 10,  
eingestellt wird.

4

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, da-  
durch gekennzeichnet, daß das Siliconöl, vorteil-  
haft als wäßrige Emulsion, in Mengen von 2 bis  
8%, vorzugsweise 5%, bezogen auf die trockene  
Kieselsäure, zugesetzt wird.

5

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, da-  
durch gekennzeichnet, daß die Verflüssigung des  
Teiges durch Einwirkung von mechanischen Kräf-  
ten erfolgt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, da-  
durch gekennzeichnet, daß die Kieselsäure bei  
Temperaturen über  $80^{\circ}C$ , vorzugsweise bei  
 $120^{\circ}C$ , getrocknet wird.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, da-  
durch gekennzeichnet, daß die Kieselsäure vor  
dem Trocknen durch Abpressen von der über-  
schüssigen Flüssigkeit befreit wird.